第 51 卷 第 10 期
2015 年 10 月 第1207-1218页



ACTA METALLURGICA SINICA

Vol.51 No.10
Oct. 2015 pp.1207-1218

高温合金铸锭均匀化程度对开坯热变形的再结晶影响*

董建新 李林翰 李浩宇 张麦仓 姚志浩

(北京科技大学材料科学与工程学院, 北京 100083)

摘 要 利用OM, SEM和裂纹扩展速率测试等手段分析了GH4740H, GH4738, GH3625和690合金不同均匀化程度下的组织特征以及这些组织状态的热变形行为, 系统研究了合金均匀化工艺因素与再结晶的关联规律. 研究结果表明, 合金均匀化需要兼顾枝晶偏析消除带来的热塑性改善以及晶粒长大和氧化加剧所导致的后续热变形时的塑性下降; 合金未完全均匀化留下的残留枝晶间区域提供了再结晶形核位置, 提高再结晶形核率. 在相同热变形条件下, 有残留枝晶组织的试样再结晶程度明显高于完全均匀化、无枝晶组织的试样. 为此提出基于部分均匀化制度的高温合金均匀化开坯控制方法具有合理性.

关键词 高温合金, 均匀化, 开坯, 枝晶

中图法分类号 TG156.21, TG111.5 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2015)10-1207-12

EFFECT OF EXTENT OF HOMOGENIZATION ON THE HOT DEFORMATION RECRYSTALLIZATION OF SUPERALLOY INGOT IN COGGING PROCESS

DONG Jianxin, LI Linhan, LI Haoyu, ZHANG Maicang, YAO Zhihao

School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083

Correspondent: DONG Jianxin, professor, Tel: (010)62332884, E-mail: jxdong@ustb.edu.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.51571012)

Manuscript received 2015-07-27, in revised form 2015-08-30

ABSTRACT The elimination of the segregation improves the thermo plasticity of superalloy ingot during the homogenization process, but coarser grain structure and high-temperature oxidation caused in further homogenization have an adverse impact on the thermo plasticity. The inheritance of coarse grain structure in the followed hot working process increases the tendency of cogging crack and makes the grain refining harder, leading to a lower yield of the final workpiece. The microstructure characteristics and their hot deformation behaviors of GH4740H, GH4738, GH3625 and 690 alloys under different homogenizations were investigated by means of microstructure analysis methods and crack propagation testing. The experimental results show that the reasonable homogenization processing needs to take into account the segregation elimination arising thermo plasticity addition, more to consider grain coarsing and severe oxidation leading to decrease plasticity. Based on the residue dendrites can provide more recrystalazation nucleation sites, the partial homogenization possessing probably exists rationality. This research work provides an exploratory study for the improvement of the homogenization-cogging process of superalloy.

KEY WORDS superalloy, homogenization, cogging, dendrite

变形高温合金尤其是一些难变形高温合金, 由于其合金化程度较高, 在冶炼凝固后会存在严重的成分偏析以及偏析相, 热加工性差[1-3]. 因此需要在一定温度、一定时间下进行高温扩散退火, 即均匀化热处理, 来消除元素的枝晶偏析, 然后对铸锭开坯, 通过热变形破碎铸锭粗大的柱状晶, 获得均匀可控的再结晶组织, 为后续的热锻环节提供组织状态优良的坯料[4-8]. 作为连接铸锭与锻件的关键工序, 均匀化和开坯在整个变形高温合金生产流程中

*国家自然科学基金资助项目 51571012
收到初稿日期: 2015-07-27, 收到修改稿日期: 2015-08-30
作者简介: 董建新, 男, 1965年生, 教授
DOI: 10.11900/0412.1961.2015.00419

起着承上启下的作用. 目前, 国内对于变形高温合金部件生产流程下游的热锻和热处理环节的研究很多[9~15], 有了一定的技术积累; 对于上游的冶炼, 通过引进先进的冶炼设备和技术重视, 也获得了明显进步[16,17]. 尽管已有研究通过建立扩散方程模拟偏析元素扩散来指导均匀化的工艺制定[1,2,7,18], 通过建立开坯热变形组织模型模拟指导开坯生产[4,19~21], 但在实际均匀化和开坯工序中仍面临诸多问题: 均匀化过程工时长、能耗较高(高温合金一般都在1200 ℃左右, 20~70 h不等), 且开坯易开裂, 开坯后锭子晶粒度粗大, 导致最终锻件成材率较低.

在涡轮盘等关键热端部件制备过程中, 不管经自由锻还是自由锻加模锻, 锻造过程利用再结晶细化晶粒的可控程度是有限的. 考虑整个热加工过程的组织遗传性, 热加工链最上游的晶粒对后续晶粒遗传影响显著. 而均匀化产生的晶粒尺寸当然成为了晶粒度控制的源头, 开坯过程则是通过再结晶细化晶粒的第一个环节. 因此, 设想能否控制均匀化过程不让晶粒明显粗大, 而又能提高开坯塑性和再结晶率使得晶粒细化. 为此, 系统开展均匀化热处理与开坯热变形的关联性研究极为重要.

由于均匀化过程涉及到的微观组织变化包括: 偏析元素的均匀扩散从而使得枝晶组织消除; 偏析产生析出相的回溶; 晶粒的长大; 合金表层的氧化等, 这些均匀化热处理过程产生的组织变化对后续热变形塑性的影响, 是均匀化热处理与开坯热变形关联性研究具体需要考虑的内容. 本工作针对均匀化过程发生的组织变化, 考察不同均匀化程度下合金的组织特征以及这些组织状态的热变形行为, 来探讨均匀化过程的组织变化对于后续热变形的影响, 为均匀化开坯工艺改进探索研究提供实验和理论依据.

1 实验方法

实验材料为GH4740H, GH4738, GH3625和690合金. 其中, GH4740H和690合金经真空感应加电渣重熔双联冶炼工艺分别得到直径350和510 mm的铸锭; GH3625合金经真空感应熔炼得到直径350 mm的铸锭; GH4738合金经真空感应加真空自耗双联工艺获得直径170 mm的铸锭. 4种合金的化学成分如表1所示. 实验所用试样均从上述铸锭的横截面的R/2(R为半径)处切取.

GH4740H 合金的均匀化温度取 1110 和1170 ℃, 分别保温8, 24和48 h, 随后对样品进行镶样和喷碳, 用TSM-6510型扫描电子显微镜(SEM)和能谱(EDS)分析获得氧化截面形貌和氧化物相组成, 并统计氧化层厚度.

GH4738合金均匀化温度为1150 ℃, 分别保温3, 12, 24和50 h. 为了研究均匀化程度对再结晶的影响, 对经不同均匀化时间的GH4738合金进行热变形条件为1150 ℃, 0.1 s^{-1}, 30%的Gleeble热压缩实验.

对GH3625铸态样品进行Gleeble热压缩实验以研究其热变形行为. 经15 ℃/s的速率将试样加热到1250 ℃, 保温5 min, 之后以15 ℃/s的速率冷却至1100 ℃温度, 以0.01 s^{-1}的应变速率热压缩50%变形量, 水冷. 为了对比研究热变形及保温过程对铸锭再结晶和元素偏析的影响程度, 选取原始铸态、保温态(1250 ℃, 保温5 min后水冷)和变形态(最终变形结束后水冷)进行对比分析.

690合金采用的均匀化温度从1150 ℃到1240 ℃, 保温时间从8 h至60 h. 为了研究均匀化程度对合金裂纹扩展速率的影响, 选用690合金在1150 ℃均匀化60 h, 1180 ℃均匀化30 h, 1220 ℃均匀化8 h和1240 ℃均匀化30 h, 随后进行裂纹扩展速率实验. 试样按JB/T8189-1999制成标准紧凑拉伸试样. 加载方式为梯形波, 加载和卸载时间均为15 s, 保载时间为90 s, 载荷误差小于1%.

通过9XB-PC光学显微镜(OM)、JSM-6510扫描电子显微镜(SEM)和SUPRA55场发射扫描电子显微镜(FSEM)观察合金的微观组织. 利用EDS分析多点统计测量枝晶间与枝晶上元素质量分数, 获得元素的偏析指数. 金相试样通过机械磨抛后在2.5 g $KMnO_4$+10 mL H_2SO_4+90 mL H_2O溶液中煮20 min

表1 铸锭的化学成分

Table 1 Chemical compositions of ingots

(mass fraction / %)

Alloy	C	Cr	Co	Mo	Nb	Ti	Al	Fe	Mn	Zr	Ni
GH4740H	0.034	25.08	20.08	-	1.62	1.66	1.404	0.06	-	-	Bal.
GH4738	0.045	19.35	13.52	4.92	-	3.12	1.430	-	-	0.05	Bal.
GH3625	0.010	21.43	-	8.80	3.49	0.05	0.200	0.20	0.04	-	Bal.
690	0.018	29.69	0.01	-	0.01	0.35	0.090	9.25	0.05	-	Bal.

获得; SEM 试样通过机械磨抛后电解侵蚀获得, 侵蚀剂为王水甘油(甘油∶盐酸∶硝酸=5∶3∶1, 体积比), 电压 5 V, 时间 10 s; FSEM 试样通过电解抛光及电解腐蚀获得, 其中电解抛光液为: 20%H_2SO_4+80%CH_3OH; 电解腐蚀液为: 2.5 g CrO_3+10 mL H_2SO_4+90 mL H_3PO_4.

2 实验结果与讨论

2.1 均匀化程度对组织和性能的影响

图 1 所示为直径 510 mm 的 690 合金原始铸锭 R/2 处的枝晶偏析组织. EDS 分析结果表明, Ti 和 Cr 等元素为正偏析(溶质元素在枝晶间偏聚)元素; Fe 元素为负偏析 (溶质元素在枝晶干偏聚)元素, 在枝晶干的浓度相对较高. 经多点统计测量, Ti, Cr 和 Fe 3 种元素的平均偏析指数(溶质元素在枝晶间的浓度/溶质元素在枝晶干的浓度)分别为 3.392, 1.097 和 0.917. 可见, 690 合金最主要的偏析元素是正偏析的 Ti 元素.

经不同条件均匀化后, 690 合金中 Ti 元素的残余偏析指数(残余偏析指数=均匀化处理后溶质原子最高浓度和最低浓度的差值/原铸态的最高和最低浓度的差值)和晶粒尺寸变化如图 2 所示. 从图 2 可以看出, 在均匀化温度相同的情况下, 随着保温时间的延长, 枝晶偏析逐渐减少. 在保温时间相同的情况下, 均匀化温度的升高也有利于枝晶偏析的减弱和消除. 在 1150 ℃均匀化 60 h, 合金试样内部仍存在剩余枝晶偏析, 而当温度提高到 1180 ℃时, 均匀化 30 h 试样内部仅有少量偏析未消除. 可见, 提高均匀化温度和延长保温时间, 确实能使残余偏析指数减小. 但是在均匀化工艺的制定过程中, 不能为了快速彻底地消除枝晶偏析, 而一味追求更高的均匀化温度和更长的保温时间. 在图 2 中, 残余偏析指数在 0.2 附近(工程上一般认为残余偏析指数达 0.2 时均匀化偏析消除)的均匀化工艺包括 1180 ℃均匀化 30~60 h, 1220 ℃均匀化 30~40 h 和 1240 ℃均匀化 30 h. 虽然在这些均匀化工艺条件下枝晶偏析基本上被消除, 但获得的晶粒尺寸存在明显差异.

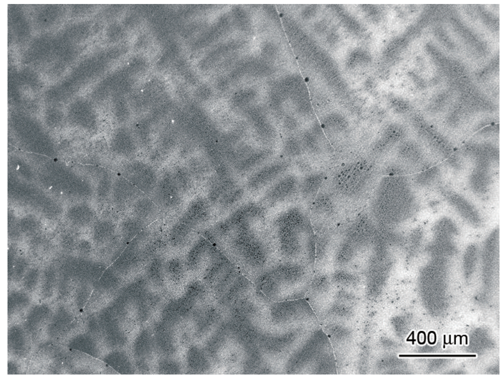


图 1　690 合金原始铸锭 R/2 处的枝晶组织

Fig.1 Microstructure of dendrite at R/2 of as-cast 690 alloy ingot

合金抗裂纹扩展性能与其自身的强度、韧性等多种力学性能相关[22], 因此, 测量不同条件均匀化后 690 合金试样抗裂纹扩展速率的能力, 也能够达到衡量均匀化效果的目的. 图 3 和图 4 分别为几种不同均匀化热处理后 690 合金的裂纹扩展速率 da/dN 与应力强度因子范围 ΔK 的关系曲线和断口形貌. 1150 ℃均匀化 60 h 断口有沿枝晶断裂痕迹且裂纹扩展速率最快, 这也证实了 1150 ℃均匀化 60 h 仍有少量枝晶偏析残留(图 4a); 1180 ℃均匀化 30 h 试样的裂纹扩展速率最低, 说明采用较高温度短时间能明显改善 690 合金铸锭元素偏析, 断口中出现大量的疲劳条纹(图 4b)和韧窝(图 4c), 合金性能得到明显改善; 但当温度继续增加到 1240 ℃, 均匀化 30 h 后裂纹扩展速率会加快, 说明均匀化温度的提高虽然有利于消除枝晶偏析, 但会使晶粒长大粗

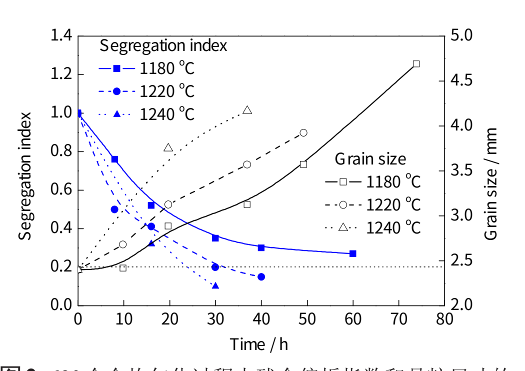


图 2　690 合金均匀化过程中残余偏析指数和晶粒尺寸的变化

Fig.2 Changes of segregation index and grain size with time of 690 alloy during homogenization treatment

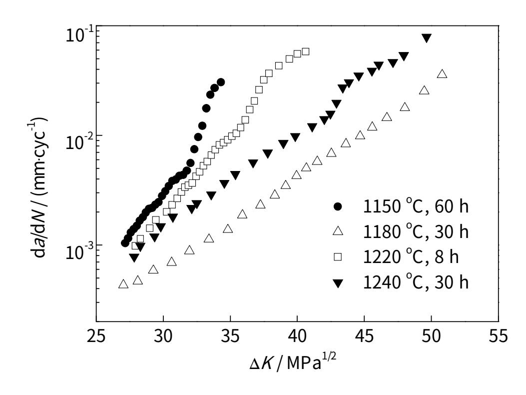


图 3　不同均匀化处理后 690 合金的裂纹扩展曲线

Fig.3 Crack growth rate curves of 690 alloy under different homogenizations (da/dN—crack growth rate, ΔK—intensity factor range)

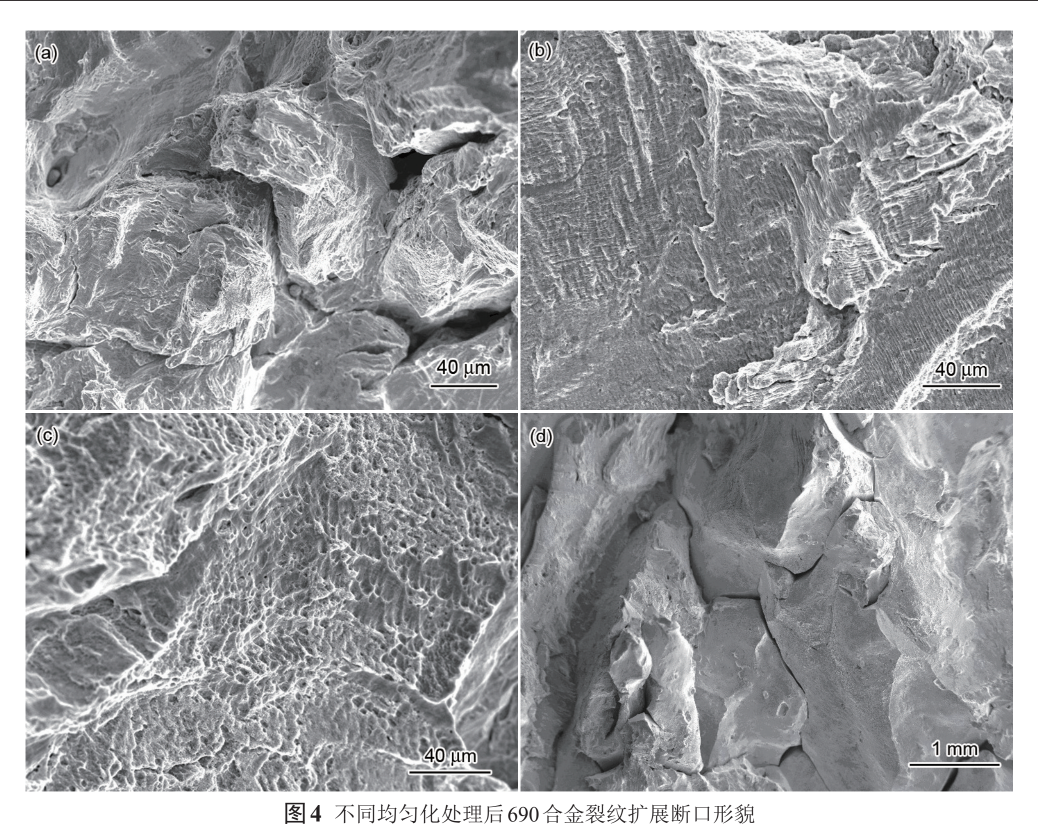


图4 不同均匀化处理后690合金裂纹扩展断口形貌

Fig.4 Fatigue fracture morphologies of 690 alloy under homogenization at 1150 ℃ for 60 h (a), 1180 ℃ for 30 h (b, c), and 1240 ℃ for 30 h (d)

化, 反而使裂纹沿晶扩展(图4d), 断裂时间减小. 可见, 不同均匀化制度晶粒组织变化对合金力学性能的影响不可忽视, 过于粗大的晶粒组织对合金力学性能有不良影响. 1220 ℃均匀化8 h试样的裂纹扩展速率也较快, 进一步说明了温度提高利于元素扩散, 但均匀化8 h还没有完成消除枝晶偏析.

有研究[23]表明, G3合金的晶粒尺寸随加热温度升高而迅速增大, 热塑性也逐渐升高, 但当晶粒尺寸进一步增大时, 热塑性反而急剧下降, 过大的晶粒尺寸降低其热加工性能. 另一方面, 均匀化后的晶粒度作为后续热加工变形的初始晶粒尺寸有很重要的起始意义, 直接影响到后续热加工工艺参数的选择以及加工制品的组织状态. 研究[24]认为, 对具有不同原始晶粒大小的GH2132合金试样进行热加工, 为了得到同样的四级晶粒度, 原始晶粒度为一级的坯料要求的变形量为20%左右, 原始晶粒度为三级的所需的变形量仅为8%. 原始晶粒度越大, 导致热加工过程所需变形量越大, 增加开裂危险. 当变形量较小时, 晶粒度的遗传现象明显, 这是因为变形量较小时, 发生的是晶界迁移的动态再结晶过程, 原始晶粒大小的影响显著. 因此, 要想尽量消除原始大晶粒对后续工序的遗传影响, 需要比较大的变形量.

由此可见, 合金均匀化过程中枝晶偏析消除会明显改善坯料的热加工性能, 但同时会伴随晶粒长大过程. 在制定均匀化工艺制度时不能只考虑完全消除偏析所带来的热加工性能提升, 还需要考虑晶粒尺寸长大引起的晶粒度遗传现象和对热加工塑性的负面影响.

2.2 均匀化程度对合金锭高温氧化的影响

高温均匀化过程除了对元素偏析和晶粒度要加以关注外, 高温长时间保温对铸锭的氧化行为也是需要考虑的一个因素. 由于高温合金均匀化过程温度高、时间长, 合金会发生氧化现象. 通常氧化层都会由内外两层组成. 外氧化层一般连续包覆着合金四周, 而内氧化层则呈现出分散的形态.

图5为GH4740H合金直径350 mm的原始铸锭*R*/2处枝晶偏析组织. EDS分析表明, Al, Ti, Fe和Nb元素为正偏析元素, 而Cr和Co元素为负偏析元素. Ti和Nb的偏析最为严重, 偏析指数分别为4.44和3.02.

在1110 ℃下均匀化8 h后, 基体表面形成不致密且不十分完整的外Cr氧化层, 内氧化层则是Al和Ti的氧化物分布于基体, 见图6a. 均匀化24 h后, 合金表面形成了非常厚、致密的外Cr氧化层(图6b), 但此氧化层与基体结合并不紧密. Al和Ti的氧

化物作为内氧化物, 多数沿晶界存在. 局部氧化层脱落还会导致更加严重的内氧化, 均匀化 48 h 后, 由于发生了局部外氧化层的脱落, 导致合金内部更加严重的内氧化. 图 7 为均匀化 48 h 后的合金基体内部晶界上氧化物的 SEM 像和元素面扫描图. 可以很清楚地看到, 晶界上为 Al 和 Ti 氧化物. 可以推断, 从脱落的外表面向内沿晶界发生了较大深度的内氧化. 可见, 在均匀化的氧化反应过程中, 当 Cr 氧化物层在一定条件(温度、时间)过度生长后, 造成外氧化层与试样结合部位 Cr 原子极大的贫化, 反而使外氧化层和试样结合力减弱, 氧化层很容易脱落, 使得内氧化过程更加容易, 加剧内氧化层向内延伸.

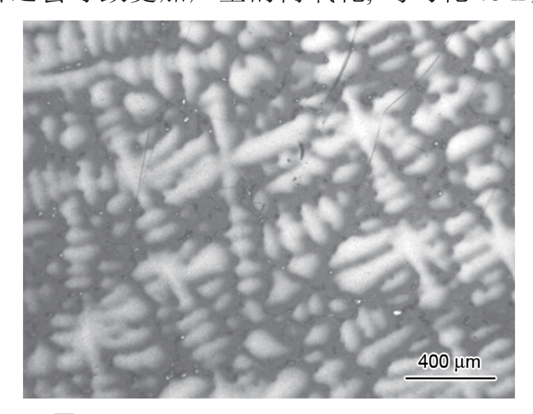


图 5 GH4740H 合金原始铸锭 *R*/2 处的显微组织

Fig.5 Microstructure of dendrite at *R*/2 of as-cast GH4740H ingot

均匀化温度增加到 1170 ℃, 均匀化 8 和 48 h 后的截面形貌如图 8 所示. 在短时间(8 h)氧化后, 试样外表面就形成了一层连续致密的外氧化膜, 内氧化层中存在内氧化物颗粒, 只是一些内氧化物还呈长

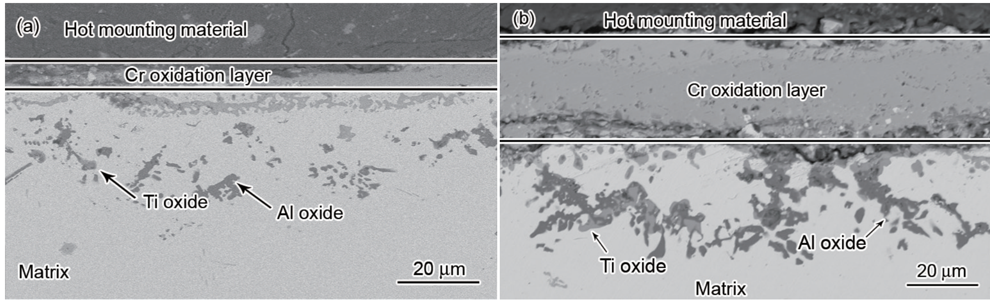


图 6 GH4740H 合金在 1110 ℃下均匀化 8 和 24 h 后的氧化层截面形貌

Fig.6 Cross-sectional microstructures of GH4740H alloy under homogenization at 1110 ℃ for 8 h (a) and 24 h (b)

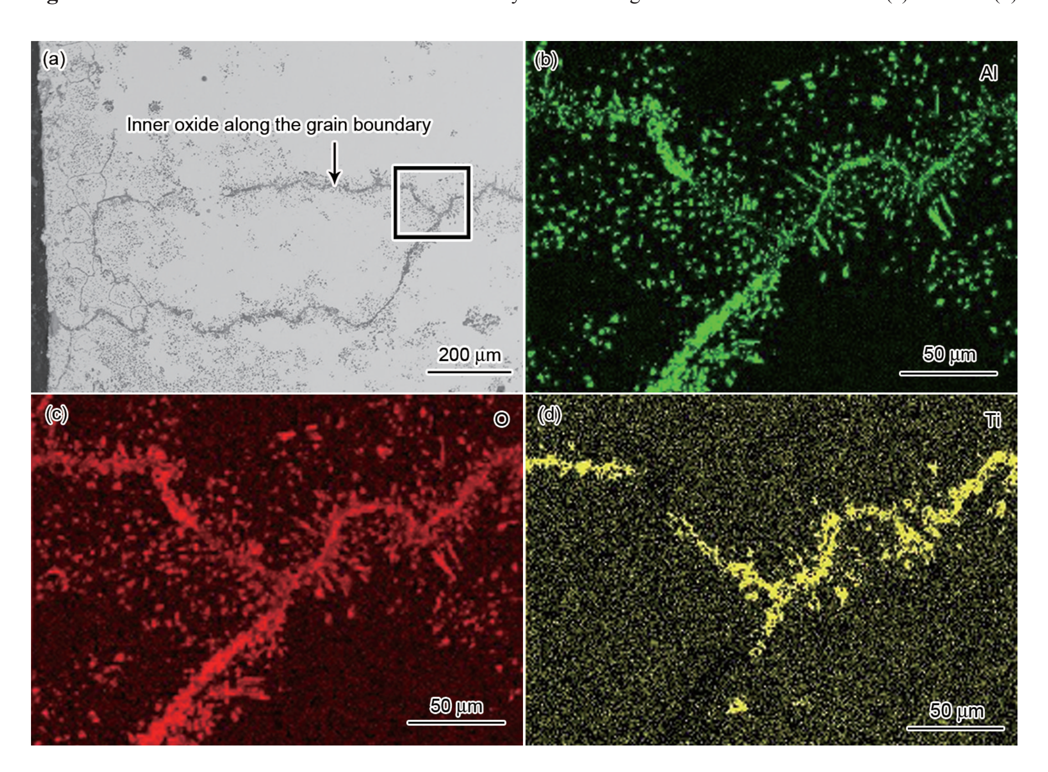


图 7 GH4740H 合金在 1110 ℃下均匀化 48 h 后的氧化层截面形貌

Fig.7 Cross-sectional SEM image (a) and EDS mapping analysis of rectangular area in Fig.7a (b~d) of GH4740H alloy under homogenization at 1110 ℃ for 48 h

条状向试样内部延伸, 内氧化物大多呈黑色. EDS分析表明, 外氧化层氧化物富Cr, 此外还含有少量的Ti, 为Cr和Ti的复合氧化物. 而内氧化层中的黑色氧化物占主导地位, 其成分主要是Al, Ti的含量几乎可以忽略不计. 内氧化物不像1110 ℃均匀化时以弥散不规则小颗粒的形态存在, 而是以比较整齐的长条状形态存在. 对比图8a与b可知, 在外Cr氧化层没脱落的情况下, 随均匀化时间增长, 条状内氧化物向合金内部大幅延长生长, 极大增加了内氧化影响范围.

图9给出了GH4740H合金在1170 ℃均匀化过程中氧化层厚度的变化规律, 这里氧化层厚度包括了外氧化层的厚度和氧化影响区的厚度(内氧化层). 尽管均匀化20和25 h的试样由于外氧化层脱落导致整体氧化层统计厚度减少, 但可以看出, 随着时间增长, 氧化层厚度显著增加. 均匀化过程的高温热处理所产生的铸锭表面和内部的氧化使得合金锭近表面组织的力学性能较差, 不利于热加工变形. 开坯前需要对锭子表面进行车削等机加工. 车削加工量尤其与内氧化程度有关, 内氧化程度越深, 则切削量越大, 造成损失也越严重. 因此, 铸锭的高温长时间热处理下的氧化行为也是制定均匀化工艺所要考虑的因素之一.

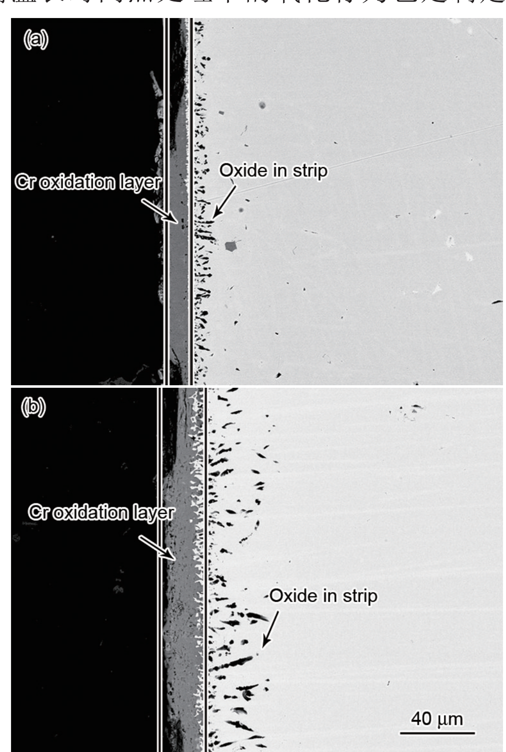


图8 GH4740H合金在1170 ℃下均匀化8和48 h后的氧化层截面形貌

Fig.8 Cross-sectional microstructures of GH4740H alloy under homogenization at 1170 ℃ for 8 h (a) and 48 h (b)

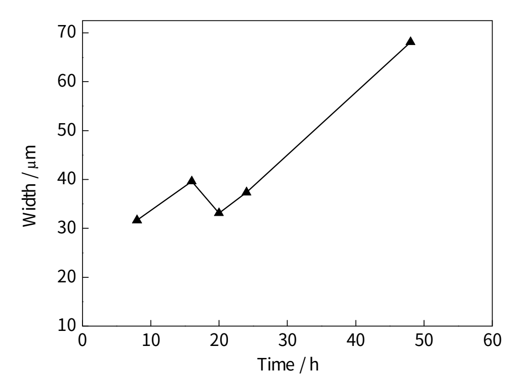


图9 GH4740H合金在1170 ℃下不同时间均匀化后的氧化层厚度

Fig.9 Thicknesses of oxidized area of GH4740H alloy under homogenization at 1170 ℃ for different times

2.3 铸锭在热变形过程中的组织变化

图10为GH3625合金铸态、保温态和变形态的

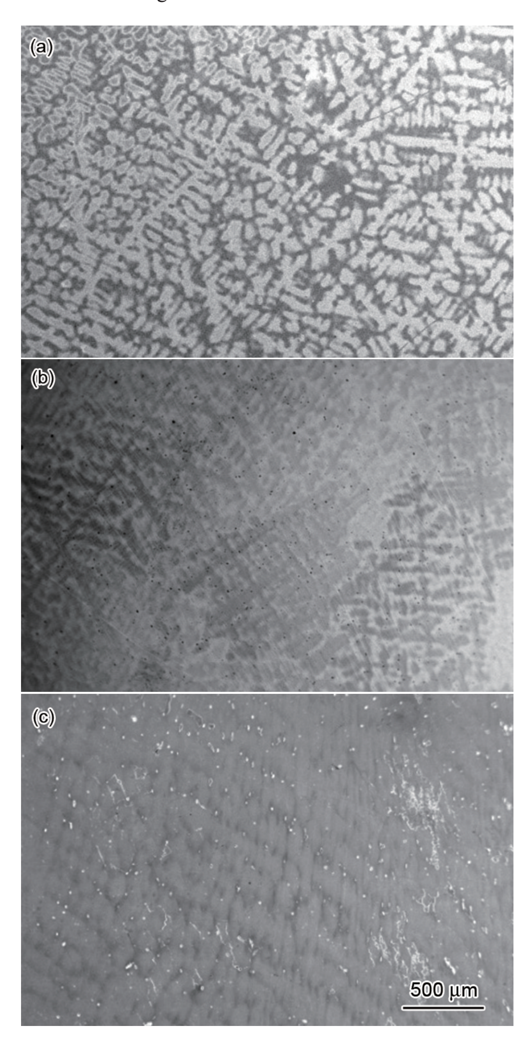


图10 GH3625合金铸态、保温态和变形态的显微组织

Fig.10 Microstructures of as-cast GH3625 alloy (a), and soaking at 1250 ℃ for 5 min (b), hot compressed at 1100 ℃, 0.01 s^{-1}, 50% (c)

微观组织照片. 可见, GH3625合金铸态组织含有较致密的枝晶组织(图10a), 经EDS分析可知, 在铸锭*R*/2处, 作为主要强化元素Cr, Mo和Nb元素是主要偏析元素, 偏析指数分别为0.85, 1.14和3.59, 即正偏析的Nb元素的偏析程度最高, Mo和Cr元素的偏析程度较低. 与铸态组织对比, 保温态试样枝晶组织有少量回溶, 但不明显(图10b), 说明加热保温过程可促使铸锭中元素局部扩散. 再经热压缩变形后, 相比保温态样品的枝晶组织, 变形态样品的枝晶有明显的退化, 并且经压缩变形后, 沿压缩方向上相邻枝晶的间距变小, 平行于压缩方向的枝晶自身发生明显的压合(图10c). 另外, 由图10c可看出, 铸态组织的枝晶间区域是再结晶重要的形核场所. 这是因为铸态试样在热压缩变形过程中, 由于晶粒内的各个枝晶组织在外力作用下被压合变形, 导致枝晶间区域在两枝晶间产生应变不协调, 累积了较高的畸变能, 从而促进再结晶核心在枝晶间区域优先形成.

进一步对不同状态的样品中心区域的Cr, Mo和Nb枝晶偏析指数进行平均统计, 结果如图11所示. 可以看出, 高温加热保温5 min促进了溶质元素的扩散, Nb元素偏析程度降低, Mo元素偏析也明显降低, Cr元素甚至基本均匀分布, 但热变形后使得Nb元素偏析大幅降低. 同时还可以看出, 热变形过程会使试样中心区域发生变形和再结晶, 如图12所示, 而对应的EDS面扫描结果也证实了上述元素偏析的统计结果. 因此可以认为, 热变形过程会消除一定程度的元素偏析, 并且枝晶间区域是再结晶发生的优先区域.

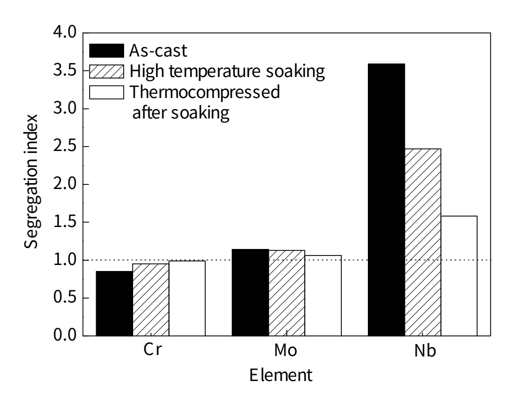


图11 GH3625合金不同状态下的Cr, Mo和Nb元素偏析指数

Fig.11 Segregation index of Cr, Mo and Nb in GH3625 alloy at different states

2.4 均匀化程度对再结晶规律的影响

由于未均匀化铸态组织热塑性较差, 实际开坯前必须要经过均匀化热处理, 因此, 在研究原始铸态组织的热变形行为的基础上要进一步考察不同均匀化程度下铸态组织热变形行为的差异. GH4738合金原始铸态组织如图13a所示. EDS分析测得, 正偏析元素Al, Ti和Mo的偏析指数分别为1.17, 2.19和1.04; 负偏析元素Cr和Co的偏析指

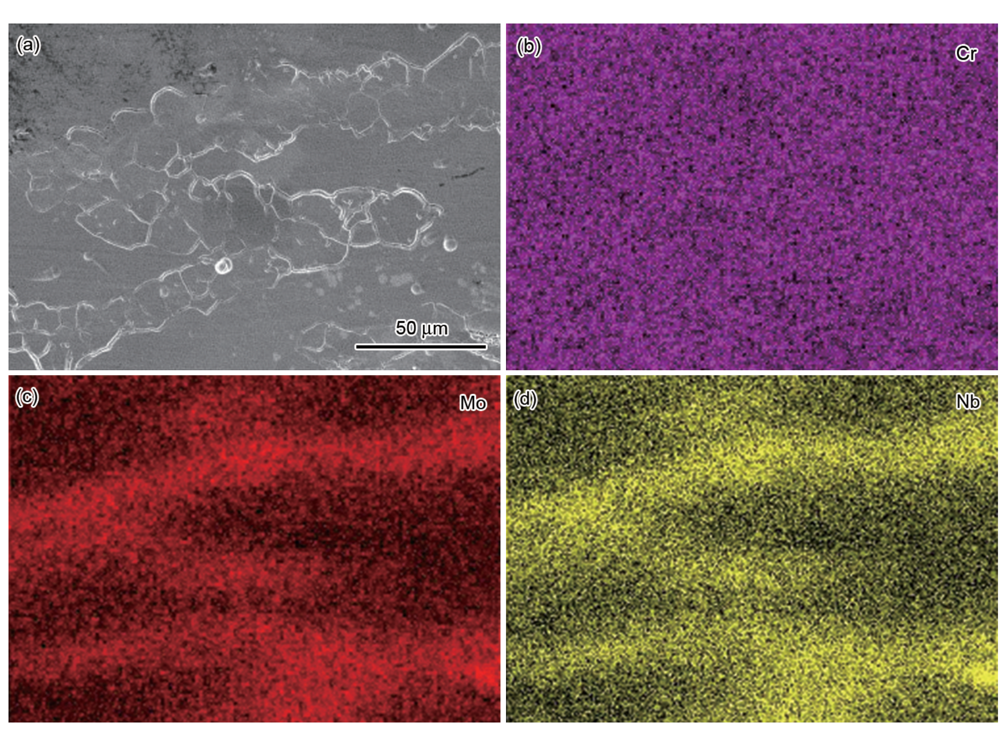


图12 热变形态GH3625合金形貌及EDS面扫描结果

Fig.12 SEM image (a) and EDS mapping analysis of Cr, Mo and Nb distributions (b~d) of hot compressed GH3625 alloy

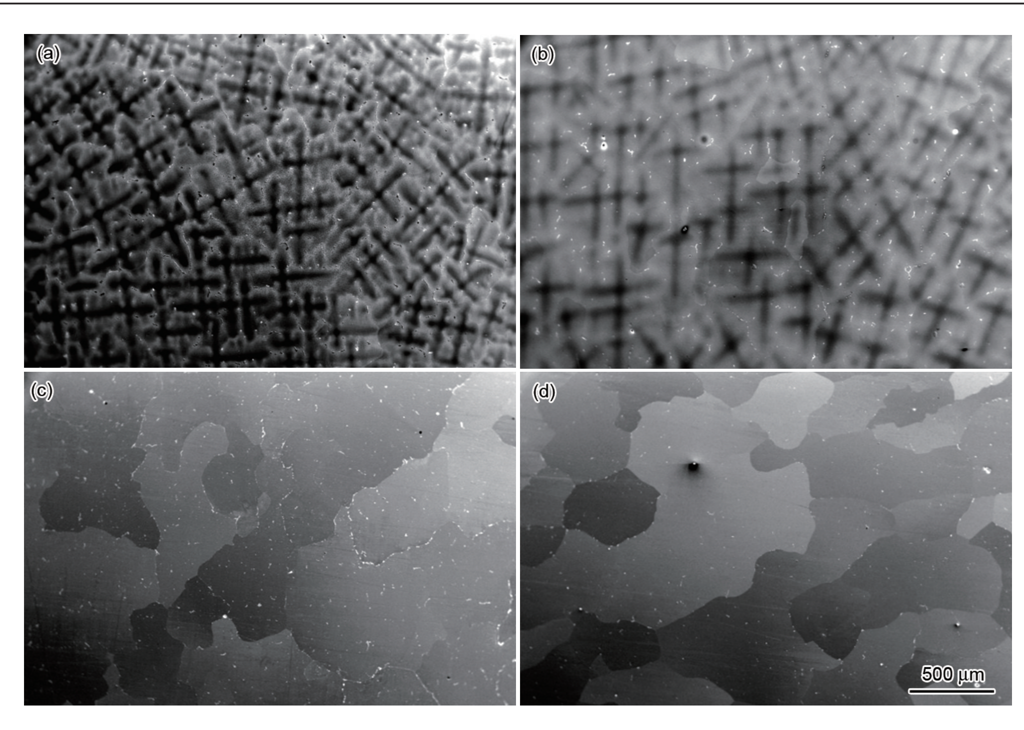


图 13 GH4738 合金在 1150 ℃下均匀化退火不同时间的显微组织

Fig.13 Microstructures of as-cast GH4738 alloy (a) and under homogenization at 1150 ℃ for 12 h (b), 24 h (c) and 50 h (d)

数为 0.85 和 0.87, Ti 元素的偏析指数远大于其它元素的偏析指数, 因此可以以 Ti 元素作为分析偏析程度的标志元素.

经不同程度均匀化热处理后, 铸态组织会发生相应变化. 图 13b~d 所示为 GH4738 合金的初始铸态显微组织在 1150 ℃下分别均匀化 12, 24 和 50 h 后的显微组织. 相比初始铸态组织, 12 h 均匀化后枝晶组织有明显退化, Ti 元素偏析指数降为 1.39, 24 h 时枝晶组织基本消除. 在此均匀化过程中, 12 h 后相比原始组织晶粒略有长大, 24 h 后的晶粒组织已经明显长大, 50 h 后进一步长大.

图 14 为 4 种均匀化状态试样在 1150 ℃, 0.1 s^{-1}, 30% 热变形下的真应力-真应变曲线. 可以看到, 铸态变形抗力最大, 随均匀化程度增加变形抗力下降, 但过均匀化后变形抗力反而增大. 原始铸态试样真应力-真应变曲线在真应变为 0.12 时由峰值开始下降, 出现软化现象. 类似的, 均匀化 12 h 试样的真应力-真应变曲线在真应变为 0.15 时达到应力峰值, 之后相比于其它试样有明显的软化下降, 在真应变达到 0.25 后其变形抗力开始低于均匀化 50 h 试样抗力, 随后下降接近均匀化 24 h 试样. 而基本完全消除枝晶组织的均匀化 24 h 试样和过均匀化 50 h 试样的真应力-真应变曲线则相比较平稳.

对各试样中心大变形区域的金相组织观察(图 15)表明, 4 种状态试样均发生了一定程度的再结晶, 再结晶程度由大到小按顺序排列为: 均匀化 12 h 后试样>原始态试样>24 h 后试样>50 h 后试样. 这个结果与各试样的流变应力曲线结果吻合. 可见, 存在残留枝晶偏析的未完全均匀化的组织相比完全均匀化或过均匀化下的组织, 更容易在热变形过程中发生再结晶, 发生更明显的软化现象, 说明了热变形过程中残留枝晶组织对再结晶的促进作用.

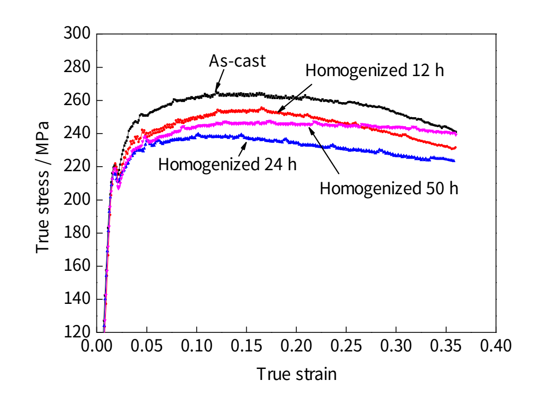


图 14 不同均匀化程度 GH4738 合金试样在 1150 ℃下以 0.1 s^{-1} 变形量 30% 热变形的真应力-真应变曲线

Fig.14 True stress-true strain curves of hot compressed (1150 ℃, 0.1 s^{-1}, 30%) GH4738 alloy under different homogenizations

图 16 可清晰地显示再结晶形核优先在枝晶间形成. 可以看出, 在试样变形较小区域(图 16a), 初始再结晶的产生位置均在枝晶间区域, 而在试样大变形区域(图 16b), 已经发生了部分再结晶, 且几乎所

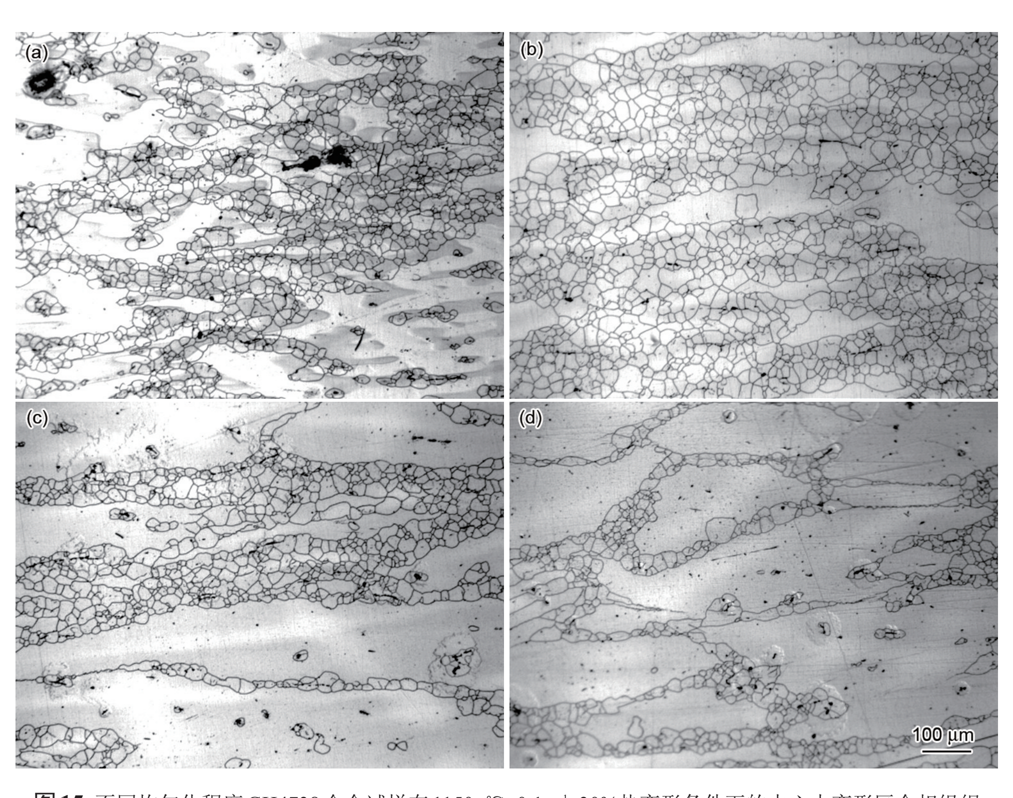


图15 不同均匀化程度GH4738合金试样在1150 ℃, 0.1 s^{-1}, 30%热变形条件下的中心大变形区金相组织

Fig.15 Metallographies of the center area samples after hot compression (1150 ℃, 0.1 s^{-1}, 30%) of as-cast GH4738 alloy (a) and homogenized at 1150 ℃ for 12 h (b), 24 h (c) and 50 h (d)

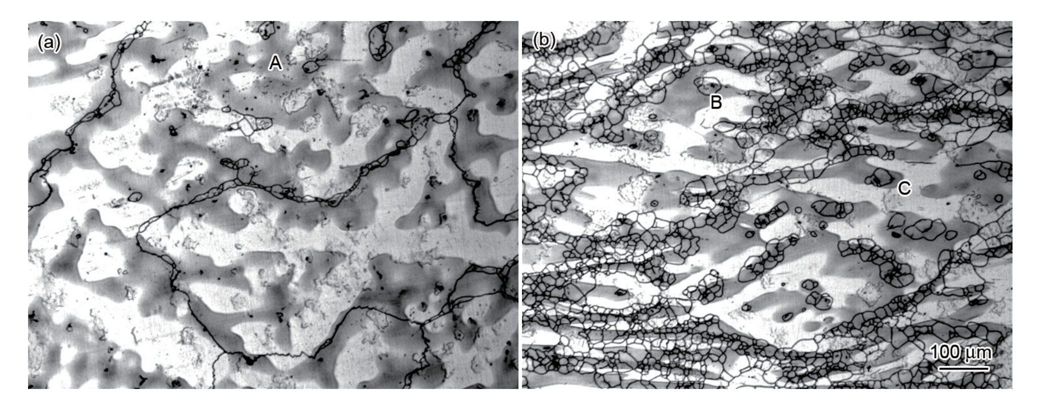


图16 含枝晶的GH4738合金铸态组织热变形中的再结晶位置

Fig.16 Recrystallization positions of as-cast GH4738 alloy after hot compression in small deformation zone (a) and large deformation zone (b) (A, B, C show recrystallization site near carbide particles)

有的再结晶晶粒均处在枝晶间区域上. 另外, 会有很小一部分块状碳化物颗粒(图16中的A, B和C)作为孤立形核点, 促进了再结晶的产生.

进一步FESEM观察发现, 对于存在枝晶偏析的组织, 不同均匀化程度的组织经同样条件热变形后其偏析程度仍存在差异. 图17a表明, 对于原始铸态组织, 由于偏析程度较大(尤其是Ti元素在枝晶间的偏析), 导致试样水冷后在枝晶间整个区域大量析出γ'相, 并局部可观察到γ-γ'共晶相, 枝晶与枝晶间区域的边界可由是否聚集γ'相导致的差异性显现出来; 而对于均匀化12 h后变形的试样, 每个枝晶间区域中心仍有局部γ'相析出, 但在靠近枝晶边界处, 由于该地带元素偏析程度的明显改善, 使得该地带基本无γ'相析出(图17b). 对比图17a与b可发现, 对于原始铸态组织, 枝晶组织密集, 枝晶间区域相对较窄小, 这种组织状态会使得合金热变形时枝晶与枝晶间进行整体变形; 而均匀化12 h后, 由于元素偏析的改善, 枝晶间区域相对增大, 合金在热变形时有更宽阔的枝晶间来协调枝晶与枝晶间的变形作用, 变形更多地分配到枝晶间进行, 促进再结晶

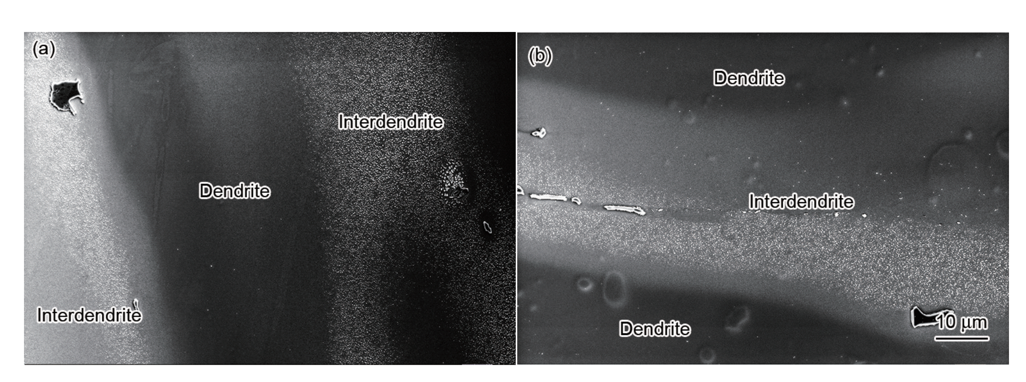


图17 GH4738铸态合金和均匀化12 h试样经1150 ℃, 0.1 s^{-1}, 变形量30%热变形后中心区域的FESEM像

Fig.17 FESEM images of the center area of as-cast GH4738 alloy (a) and homogenized at 1150 ℃ for 12 h after hot compression (1150 ℃, 0.1 s^{-1}, 30%) (b)

晶粒在畸变能较大的枝晶间区域形核发生. 所以, 相比未均匀化组织, 均匀化12 h后的组织在同样的热变形过程中再结晶分数会更高(图15), 软化现象更明显(图14). 当然, 如果均匀化程度很高时, 合金组织基本上不存在残留枝晶, 且产生粗大的晶粒, 因此不存在枝晶间区域的协调变形问题了. 可见, 残留枝晶影响着热变形的再结晶情况.

采用EDS定量分析热变形对不同程度均匀化(未均匀化、均匀化3 h和均匀化12 h)试样经热变形(1150 ℃, 0.1 s^{-1}, 变形量30%)后的偏析程度变化情况, 如表2所示. 相对于铸态时Ti的偏析值, 变形后的偏析值均下降, 并且, 同一试样中心大变形区偏析指数均比边缘变形死区要明显偏小. 可以看出, 热变形过程会一定程度上改善偏析情况.

实际上, 热变形过程在降低元素偏析的同时还会改变枝晶组织形状, 降低一次枝晶间距和二次枝晶间距. 如图18所示, 由于热压缩变形, 试样中心大变形区域的枝晶组织沿压缩方向被明显“压扁”, 使得一次枝晶间距和二次枝晶间距明显缩短.

高温合金铸锭进行均匀化处理时, 在一定的均匀化温度条件下元素的含量随时间与位置的变化规律如式(1)所示[25]:

$$C(x)=\bar{C}+\frac{1}{2}\Delta C_0\cos\left(\frac{2\pi x}{L}\right)\exp\left(-\frac{4\pi^2}{L^2}Dt\right) \tag{1}$$

式中, $C(x)$为x位置某元素质量分数, $\bar{C}$为平均质量分数, ΔC_0为最高(最低)质量分数与平均质量分数差, L为枝晶间距, D为元素扩散系数, t为均匀化时间. 若只考虑均匀化处理后溶质原子最高浓度(C_{max})和最低浓度(C_{min}), 则δ定义为均匀化t时间后的残余偏析指数:

$$\delta=\frac{C_{max}-C_{min}}{C_{0\,max}-C_{0\,min}}=\exp(-\frac{4\pi^2}{L^2}Dt) \tag{2}$$

表2 均匀化和变形程度对Ti元素偏析指数的影响

Table 2 Segregation index of Ti in different status

Area	As-cast	Homogenized 3 h	Homogenized 12 h
Center	1.852	1.677	1.193
Edge	2.079	1.864	1.323

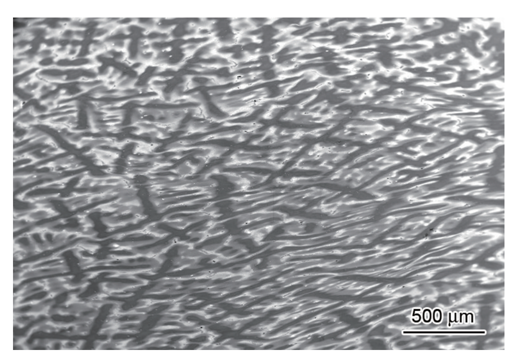


图18 GH4738铸态热压缩试样中心大变形区显微组织

Fig.18 Microstructure of the center area of as-cast GH4738 alloy after hot compression

式中, $C_{0\,max}$和$C_{0\,min}$为原铸态中溶质原子最高浓度和最低浓度. 假设原始铸态试样的二次枝晶臂间距为L_1, 经热压缩后二次枝晶臂间距$L_2=L_1/2$. 若原始铸态和热压缩态2种组织在同一个温度下进行均匀化退火, 使热变形试样成分衰减为原来的1/e, 即:

$$\exp(-\frac{4\pi^2Dt}{L_2^2})=\exp(-\frac{16\pi^2Dt}{L_1^2})=\frac{1}{e} \tag{3}$$

此时有:

$$\frac{4\pi^2Dt}{L_1^2}=\frac{1}{4} \tag{4}$$

对于未压缩变形的原始铸态试样而言, 在相同时间内的成分衰减为:

$$\exp(-\frac{4\pi^2Dt}{L_1^2})=\exp(-\frac{1}{4})=0.779 \tag{5}$$

由此可见, 当热压缩变形试样的成分衰减了(1−

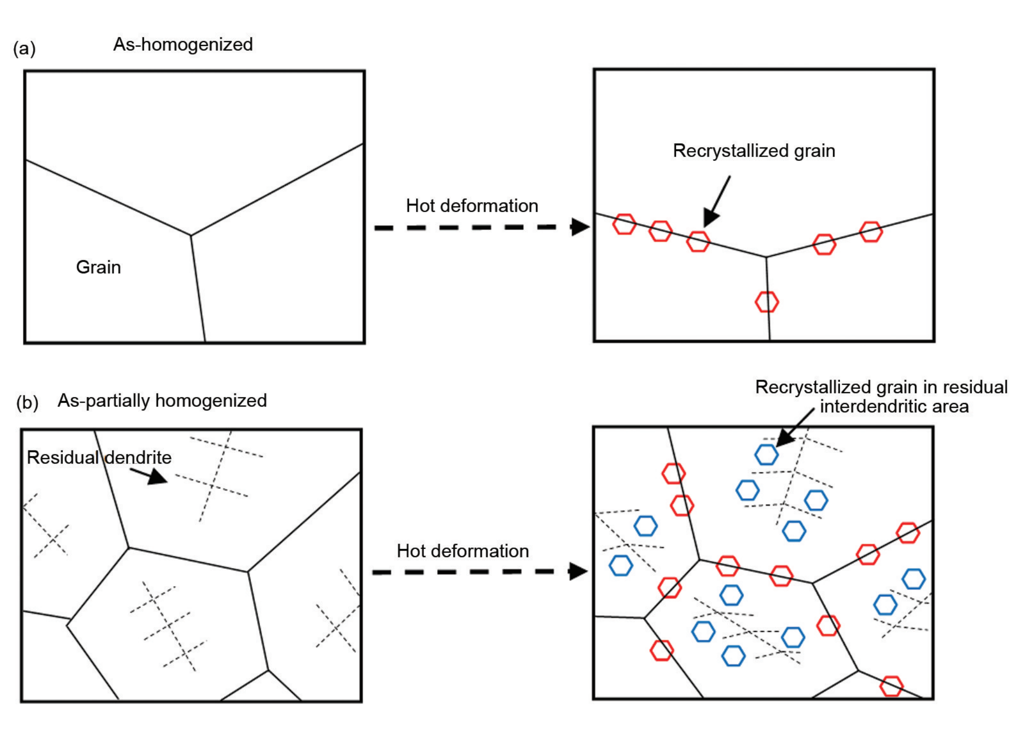


图 19 铸态组织经完全均匀化和部分均匀化热处理后热变形前后组织变化示意图

Fig.19 Schematics of microstructure evolution of as-homogenized (a) and as-partially homogenized (b) alloy before and after hot deformation

1/*e*)×100%=63.2%时, 原始铸态试样的成分只衰减了(1−0.779)×100%=22.1%. 说明热压缩变形后, 偏析元素的扩散距离被显著缩短, 因而更有利于后续元素偏析的扩散消除.

综上实验分析可知, 经完全均匀化或过均匀化热处理后的合金铸态组织基本消除了元素的微观偏析, 使得铸态枝晶组织完全消失, 但晶粒长大明显, 氧化现象严重, 合金塑性出现先增大后减小的现象, 而对于经未完全均匀化的合金铸态组织, 其元素偏析得到一定改善, 但仍保留残留枝晶组织, 晶粒长大幅度小, 氧化现象明显好于完全均匀化热处理效果. 在后续热变形过程中, 如图19示意图所示, 未完全均匀化合金的残留枝晶组织的存在促使枝晶间区域协调变形, 促进再结晶形核发生, 随变形量增大软化现象明显; 相比之下, 无枝晶组织且晶粒粗大的完全均匀化合金的再结晶分数较低, 变形抗力值随变形量增加维持稳定. 经过热变形后, 一方面热变形再结晶本身一定程度上降低元素偏析程度, 另一方面热变形使得枝晶组织变形, 枝晶间距变小, 从而大大缩短了元素偏析扩散距离, 可以显著加快后续高温热处理时偏析元素的扩散.

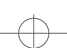
因此, 针对完全均匀化与部分均匀化铸态组织及热变形再结晶情况的差异性研究. 可以认为, 从减少表面氧化、减少晶粒长大的角度, 适当缩短实际生产中铸锭的均匀化退火时间, 在确保回溶偏析相、铸锭具有一定塑形的基础上实行部分均匀化, 使后续开坯变形时保留适量的残留枝晶组织, 有利于再结晶的形核, 提高相同变形条件下铸锭的再结晶分数. 为此, 通过以上的实验分析, 基于部分均匀化以兼顾晶粒、氧化和再结晶的均匀化工艺具有可行性. 进一步的工作还需要考虑均分化过程的塑性变化, 从组织控制、变形抗力、塑性和开裂敏感性等方面综合考虑均匀化和开坯过程, 以最经济的方法获得最佳的开坯组织是后续努力的方向.

3 结论

(1) 合金均匀化过程中枝晶偏析消除会明显改善坯料的热加工塑性, 但同时伴随晶粒长大, 对合金在后续热变形时的塑性有不利影响, 并因晶粒度遗传现象对合金细化晶粒带来困难. 同时, 均匀化高温热处理会导致铸锭表面和内部的氧化. 不当的均匀化制度会使氧化加剧.

(2) 热变形过程会一定程度地改善合金铸态组织的元素偏析, 并改变枝晶组织形状, 缩短枝晶间距, 从而大大缩短了元素偏析扩散距离, 可显著加快后续高温热处理时偏析元素的扩散.

(3) 合金未完全均匀化、有残留枝晶组织存在时



热变形, 残留枝晶间区域提供了再结晶形核位置, 提高再结晶形核率. 在相同热变形条件下, 有残留枝晶组织的试样再结晶程度明显高于完全均匀化、无枝晶组织的试样.

(4) 综合考虑经济性、组织因素和塑性及开裂敏感性, 基于部分均匀化制度的高温合金均匀化开坯控制方法具有合理性.

参考文献

[1] Semiatin S L, Kramb R C, Turner R E, Zhang F, Antony M M. *Scr Mater*, 2004; 51: 491

[2] Malara C, Radavich J. In: Loria E A ed., *Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives 2005*, Warrendale: TMS, 2005: 25

[3] Ju Q, Ma H P, Fu X D, Wang M. *Rare Met Mater Eng*, 2012; 41: 310
(鞠 泉, 马惠萍, 符鑫丹, 王 明. 稀有金属材料与工程, 2012; 41: 310)

[4] Semiatin S L, Weaver D S, Fagin P N, Glavicic M G, Goetz R L, Frey N D, Kramb R C, Antony M M. *Metall Mater Trans*, 2005; 35A: 679

[5] Zhao Y X, Fu S H, Zhang S W, Tang X, Liu N, Zhang G Q. In: Ott E A, Groh J R, Banik A, Dempster I, Gabb T P, Helmink R, Liu X B, Mitchell A, Sjoberg G P, Wusatowska-Sarnekeds A eds., *Superalloys 718 and Derivatives 2010*, Warrendale: TMS, 2010: 271

[6] Semiatin S L, Weaver D S, Goetz R L, Thomas J P, Turner T J. *Mater Sci Forum*, 2007; 550: 129

[7] Kramb R C, Antony M M, Semiatin S L. *Scr Mater*, 2006; 54: 1645

[8] Kermanpur A, Wang W, Lee P D, McLean M. *Mater Sci Technol*, 2003; 19: 859

[9] Yao Z H, Dong J X, Zhang M C. *Acta Metall Sin*, 2011; 47: 1581
(姚志浩, 董建新, 张麦仓. 金属学报, 2011; 47: 1581)

[10] Li L H, Dong J X, Zhang M C, Yao Z H. *Acta Metall Sin*, 2014; 50: 821
(李林翰, 董建新, 张麦仓, 姚志浩. 金属学报, 2014; 50: 821)

[11] Wen D X, Lin Y C, Li H B, Chen X M, Deng J, Li L T. *Mater Sci Eng*, 2014; A591:183

[12] Yao Z H, Zhang M C, Dong J X. *Metall Mater Trans*, 2013; 44A: 3084

[13] Li H Y, Kong Y H, Chen G S, Xie L X, Zhu S G, Sheng X. *Mater Sci Eng*, 2014; A582: 368

[14] Xie X S, Dong J X, Fu S H, Zhang M C. *Acta Metall Sin*, 2010; 46: 1289
(谢锡善, 董建新, 付书红, 张麦仓. 金属学报, 2010; 46: 1289)

[15] Kong Y H, Liu R Y, Chen G S, Xie L X, Zhu S G. *J Mater Eng Perform*, 2013; 22: 1372

[16] Shi C X, Zhong Z Y. *Acta Metall Sin*, 2010; 46: 1281
(师昌绪, 仲增墉. 金属学报, 2010; 46: 1281)

[17] Wang X H, Ward R M, Jacobs M H, Barratt M D. *Metall Mater Trans*, 2007; 39A: 449

[18] Miao Z J, Shan A D, Wu Y B, Lu J, Xu W L, Song H W. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 2011; 21: 1009

[19] Tin S, Lee P D, Kermanpur A, Rist M, McLean M. *Metall Mater Trans*, 2005; 36A: 2493

[20] Yeom J T, Lee C S, Kima J H, Park N K. *Mater Sci Eng*, 2007; A449-451: 722

[21] Dandre C A, Roberts S M, Evans R W, Reed R C. *Mater Sci Technol*, 2000; 16: 14

[22] Wang P, Dong J X. *Rare Met Mater Eng*, 2014; 43: 2502
(王 璞, 董建新. 稀有金属材料与工程, 2014; 43: 2502)

[23] Luo K J, Zhang M C, Wang B S, Dong J X. *Rare Met Mater Eng*, 2011; 40: 605
(罗坤杰, 张麦仓, 王宝顺, 董建新. 稀有金属材料与工程, 2011; 40: 605)

[24] High Temperature Alloys Laboratory, Beijing Institute of Iron and Steel. *GH132 Alloy*. Beijing: National Defence Industry Press, 1980: 26
(北京钢铁学院高温合金教研室编. GH132 合金. 北京: 国防工业出版社, 1980: 26)

[25] Wang J, Wu Y, Dong J X, Zhang M C, Xie X S, Xu F H. *Rare Met Mater Eng*, 2013; 42: 1908
(王 珏, 吴 赟, 董建新, 张麦仓, 谢锡善, 徐芳泓. 稀有金属材料与工程, 2013; 42: 1908)

(责任编辑:毕淑娟)

